新型 P&T システム Aquatek100、Stratum を用いた塩化ビニルモノマー、VOC、1,4-ジオキサンの一斉分析

＜要旨＞　新型 P&T システム Auatek100 と Stratum は不活性ラインの使用、使い勝手の向上の他、100 検体までの自動化に対応が可能なシステムです。このシステムを用いることで、塩化ビニルモノマー、VOC、1,4-ジオキサンを一斉分析することにより、生産性の向上が容易に達成できます。また Agilent 7890A/5975CTAD システムと組み合わることにより、優れた安定性、再現性、ダイナミックレンジを兼ね備えることができますので、様々なサイトの試料に容易に対応することが可能です。

Key Words: Aquatek100、Stratum、7890A/5975CTAD、塩化ビニルモノマー、VOC、1,4-ジオキサン

＊＊＊＊＊＊＊

1. はじめに

地下水環境基準等の項目に設定された、塩化ビニルモノマーの分析には P&T システムが採用されています。従来より VOC、1,4-ジオキサンが P&T システムで分析が行われていますが、これに塩化ビニルモノマーを追加することにより、一斉分析を行うことで効率的に分析を行うことが可能です。

一方で、塩化ビニルモノマーはその物性上、どのカラムでもほとんど保持されることなく、水や空気といった成分と同時に溶出します。つまり水の除去、GC 条件がうまく設定されていなければ、テーリングやピークにならないといった問題が出てきます。

Stratum では従来より効率的な水分除去システムを兼ね備えており、さらに GC 条件を最適化することで容易に一斉分析が可能となります。

2. 測定条件

装置　　：Agilent 7890 GC/5975C TAD
カラム　　：DB-1301
　　60m, 0.32mm, 1μm
注入法　　：スプリット 30:1
注入口温度　：220℃
オーブン　　：40℃(1min)-15℃/min-100℃
　　-5℃/min-130℃-20℃/min-220℃
カラム流量　：2 ml/min
インターフェース温度：220℃
イオン源温度　　：280℃
四重極温度　　：150℃
ドローアウトプレート：6mm
サンプル量　：20ml
塩析　　：なし

3. 分析結果

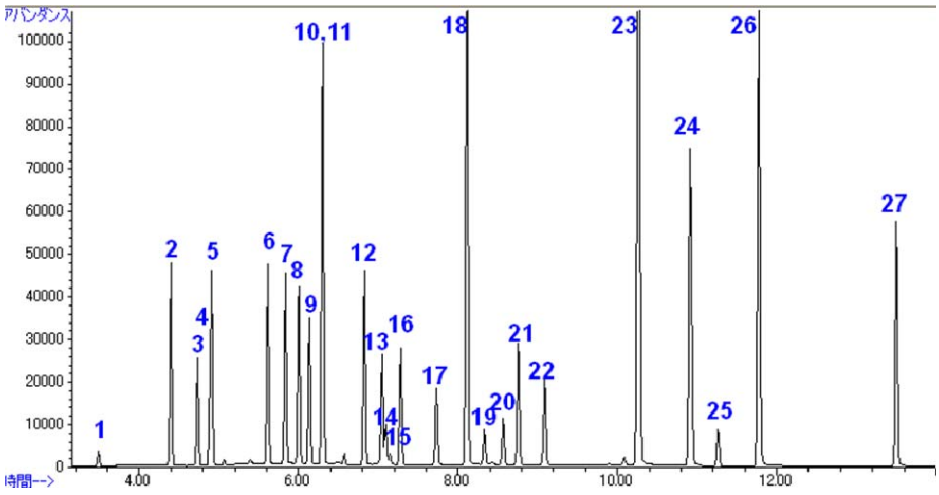
標準溶液の一斉分析結果を Fig.1 に示しました。内部標準物質として 1,4-ジオキサン-d8、ブロモフルオロベンゼンを Aquatek100 により自動添加しました。Aquatek100 では 2 つの内部標準物質を 1-20・1 の範囲で添加することが可能なため、サンプルの濃度、アプリケーションに合わせて非常に簡単に内部標準物質濃度を調節することができます。

また、塩化ビニルモノマー0.05ppb、1,4-ジオキサン 5ppb の SIM クロマトグラムを Fig.2 に示しました。塩化ビニルモノマーのピーク形状が良好であること、1,4-ジオキサンの感度が十分であることが確認できます。

一方で他の成分と比較し、1,4-ジオキサンの感度が低いため、高感度化のメソッドに設定すると、他の VOC 成分が MS のリニアダイナミックレンジ上限を超えてしまう原因となります。
つまり検量線の直線範囲から外れ、定量可能な濃度範囲が狭くなってしまいます。本メソッドではあえて 1,4-ジオキサンの感度を抑えることで他の VOC 成分の直線範囲の上限を確保しています。

Fig.3 には 1,4-ジオキサン（5-400ppb）およびトルエン（0.1-100ppb）の検量線を示しました。非常に良好な直線性が得られていることが確認できます。その他の VOC 成分でも 0.1-100ppb の濃度範囲において r^2=0.99 以上の直線性が得られました。より良い直線性（0.999 以上）を求める場合、50ppb 程度までにすることで良好な結果が得られます。

Agilent Technologies



Peak#	Compounds
1	vinyl chloride monomar
2	1,1-dichloroethylene
3	dichloromethane
4	MTBE
5	trans-1,2-dichloroethylene
6	cis-1,2-dichloroethylene
7	chloroform
8	1,1,1-trichloroethane
9	carbon tetrachloride
10	benzene
11	1,2-dichloroethane
12	trichloroethylene
13	1,2-dichloropropane
14	1,4-dioxane-d8
15	1,4-dioxane
16	bromodichloromethane
17	cis-1,3-dichloropropene
18	toluene
19	trans-1,3-dichloropropene
20	1,1,2-trichloroethane
21	tetrachloroethylene
22	dibromochloromethane
23	m,p-xylene
24	o-xylene
25	bromoform
26	bromofluorobenzene (IS)
27	p-dichlorobenzene

Fig.1 塩化ビニルモノマー（0.2ppb）, VOC(1ppb), 1,4-ジオキサン(20ppb) の SIM クロマトグラム

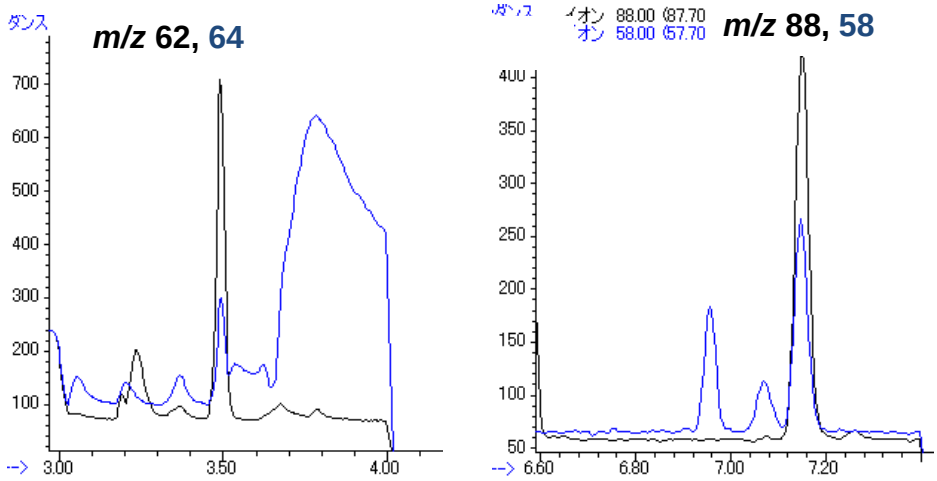


Fig.2 塩化ビニルモノマー（0.05ppb,左）、1,4-ジオキサン（5ppb,右）の SIM クロマトグラム

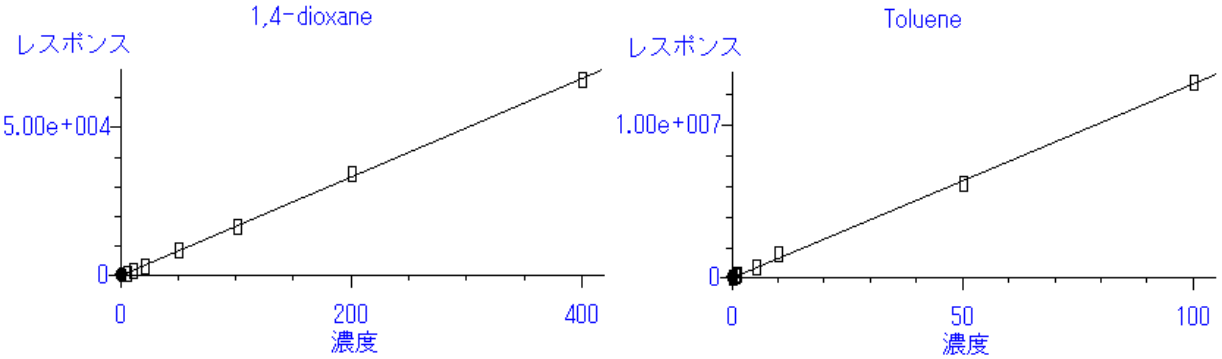


Fig.3 1,4-ジオキサン（5-400ppb）、トルエン（0.1-100ppb）の検量線。決定係数 r^2はともに 0.999 以上

【GCMS-201009AZ-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp

Agilent Technologies